

PAT-NO: JP411278864A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 11278864 A

TITLE: CRYSTALLIZED GLASS FOR MAGNETIC DISK
SUBSTRATE, MAGNETIC DISK SUBSTRATE AND MAGNETIC DISK

PUBN-DATE: October 12, 1999

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
ABE, MASAHIRO	N/A
TAKAHASHI, TAKAHIRO	N/A
MIWA, TETSUO	N/A

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
NGK INSULATORS LTD	N/A

APPL-NO: JP10099853

APPL-DATE: March 30, 1998

INT-CL (IPC): C03C010/00, C03C003/085 , G11B005/62

ABSTRACT:

PROBLEM TO BE SOLVED: To significantly decrease the center line average surface roughness Ra of a magnetic disk substrate after the substrate is precisely polished, by increasing the Young's modulus of a crystallized glass for a magnetic disk substrate.

SOLUTION: The main crystal phase of the crystallized glass is an enstatite phase while the sub crystal phase is a magnesium aluminum titanate phase. When the peak intensity I(MS) of the enstatite phase measured by

an X-ray
diffraction method is 100, the peak intensity $I(\text{MAT})$ of the
magnesium aluminum
titanate phase is between

COPYRIGHT: (C)1999,JPO

DERWENT-ACC-NO: 2000-016604

DERWENT-WEEK: 200008

COPYRIGHT 1999 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Crystallized glass for magnetic disc
boards - contains enstatite phase and supplement
crystal phase with specific peak strength

PATENT-ASSIGNEE: NGK INSULATORS LTD[NIGA]

PRIORITY-DATA: 1998JP-0099853 (March 30, 1998)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PAGES	PUB-DATE	
LANGUAGE		MAIN-IPC	
JP 11278864 A		October 12, 1999	N/A
012	C03C 010/00		

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO
APPL-DATE		
JP 11278864A	N/A	
1998JP-0099853	March 30, 1998	

INT-CL (IPC): C03C003/085, C03C010/00 , G11B005/62

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 11278864A

BASIC-ABSTRACT:

NOVELTY - The main crystal phase is enstatite phase and supplement crystal phase is magnesium aluminium titanate phase. The peak strength 1(MAT) of magnesium aluminium titanate phase is 35-70 when setting peak strength 1(MS) of enstatite phase to 100 and the Young's modulus is 120-155 GPa.

USE - For magnetic disc boards.

ADVANTAGE - The Young's modulus is made high. Precision
polish of the magnetic
disc board is carried out and the central line average
surface roughness Ra is
made small.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/5

TITLE-TERMS: GLASS MAGNETIC DISC BOARD CONTAIN ENSTATITE
PHASE SUPPLEMENT

CRYSTAL PHASE SPECIFIC PEAK STRENGTH

DERWENT-CLASS: L01 L03 T03

CPI-CODES: L01-A08; L01-K03; L01-L04; L03-B05B; L03-B05L;

EPI-CODES: T03-A01B1A; T03-A01C1A;

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: C2000-003774

Non-CPI Secondary Accession Numbers: N2000-013105

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-278864

(43) 公開日 平成11年(1999)10月12日

(51) Int.Cl.⁸

識別記号

F I

C 0 3 C 10/00

C 0 3 C 10/00

3/085

3/085

G 1 1 B 5/62

G 1 1 B 5/62

審査請求 未請求 請求項の数 8 F D (全 12 頁)

(21) 出願番号 特願平10-99853

(22) 出願日 平成10年(1998) 3月30日

(71) 出願人 000004064

日本碍子株式会社

愛知県名古屋市瑞穂区須田町 2 番56号

(72) 発明者 阿部 真博

愛知県名古屋市瑞穂区須田町 2 番56号 日

本碍子株式会社内

(72) 発明者 高橋 貴博

愛知県名古屋市瑞穂区須田町 2 番56号 日

本碍子株式会社内

(72) 発明者 美和 哲雄

愛知県名古屋市瑞穂区須田町 2 番56号 日

本碍子株式会社内

(74) 代理人 弁理士 杉村 暁秀 (外 8 名)

(54) 【発明の名称】 磁気ディスク基板用結晶化ガラス、磁気ディスク基板および磁気ディスク

(57) 【要約】

【課題】磁気ディスク基板用結晶化ガラスのヤング率を高くし、磁気ディスク基板を精密研磨加工した後の中心線平均表面粗さ R a を顕著に小さくする。

【解決手段】前記結晶化ガラスの主結晶相がエンスタタイト相であり、副結晶相がマグネシウムアルミニウムチタネート相であり、X線回折法で求めたエンスタタイト相のピーク強度 I (MS) を 100 としたときのマグネシウムアルミニウムチタネート相のピーク強度 I (MAT) が 35 以上 (特に好ましくは 40 以上)、70 以下 (特に好ましくは 65 以下) であり、ヤング率が 120 ~ 155 GPa である。

【特許請求の範囲】

【請求項1】磁気ディスク基板用結晶化ガラスであって、この磁気ディスク基板用結晶化ガラスの主結晶相がエンスタタイト相であり、副結晶相がマグネシウムアルミニウムチタネート相であり、X線回折法で求めたエンスタタイト相のピーク強度I (MS) を100としたときのマグネシウムアルミニウムチタネート相のピーク強度I (MAT) が35以上、70以下であり、ヤング率が120~155 GPaであることを特徴とする、磁気ディスク基板用結晶化ガラス。

【請求項2】X線回折法で求めたエンスタタイト相のピーク強度I (MS) を100としたときのマグネシウムアルミニウムチタネート相のピーク強度I (MAT) が40以上、65以下であることを特徴とする、請求項1記載の磁気ディスク基板用結晶化ガラス。

【請求項3】前記結晶化ガラスの結晶粒子の粒径が0.01 μm ~0.1 μm であることを特徴とする、請求項1または2記載の磁気ディスク基板用結晶化ガラス。

【請求項4】精密研磨加工後の中心線平均表面粗さRaが1~6オングストロームであることを特徴とする、請求項1~3のいずれか一つの請求項に記載の磁気ディスク基板用結晶化ガラス。

【請求項5】前記磁気ディスク基板用結晶化ガラスの基本組成がSiO₂:44~52重量%、MgO:16~25重量%、Al₂O₃:13~20重量%、TiO₂:10~15重量%、ZnO:1~8重量%、ZrO₂:0~5重量%、Li₂O:0~3重量%、B₂O₃:0~3重量%、P₂O₅:0~5重量%およびSb₂O₃:0~2重量%であることを特徴とする、請求項1~4のいずれか一つの請求項に記載の磁気ディスク基板用結晶化ガラス。

【請求項6】前記磁気ディスク基板用結晶化ガラスの前記基本組成が、SiO₂:46~50重量%、MgO:18~22重量%、Al₂O₃:16~19重量%、TiO₂:11~13重量%、ZnO:2~5%、ZrO₂:0~4重量%、Li₂O:0~2%、B₂O₃:0~2重量%、P₂O₅:0~3重量%、Sb₂O₃:0.2~1.5重量%であることを特徴とする、請求項5記載の磁気ディスク基板用結晶化ガラス。

【請求項7】請求項1~6のいずれか一つの請求項に記載の磁気ディスク基板用結晶化ガラスからなることを特徴とする、磁気ディスク基板。

【請求項8】請求項7記載の磁気ディスク基板、前記磁気ディスク基板上に形成されている下地膜、およびこの下地膜上の金属磁性層を備えていることを特徴とする、磁気ディスク。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、磁気ディスク基板用結晶化ガラス、これを使用した磁気ディスク基板およ

び磁気ディスクに関するものである。

【0002】

【従来の技術】最近、結晶化ガラス製の磁気ディスク基板が検討されている。結晶化ガラスにおいては、含有されるアルカリ金属イオンのほとんどが結晶相中に存在しており、ガラスマトリックス中には微量しか存在しないために、アルカリ金属成分が溶出して磁性膜を腐食するという問題は生じない。

【0003】マルチメディア化の進展に伴い、特に画像情報などの大容量の情報を、一層小型の磁気ディスク内に記録したいとの要望が強くなり、磁気ディスクにおける記録密度の一層の向上が求められるようになってきた。この結果、特に磁気ディスクのリードライトゾーンにおいては、中心線平均表面粗さ(Ra)を、10オングストローム以下の領域まで低下させることが求められている。

【0004】しかし、結晶化ガラスの場合には、結晶相と非晶質相との硬度が相違している。このため、ポリッシング加工後においても、結晶相と非晶質相との間で不可避的に微小な凹凸が発生してしまう。この結果、加工面の中心線平均表面粗さを10オングストローム以下に抑えることは困難であった。

【0005】特開平9-208260号公報においては、特定組成の特定のLi₂O-Al₂O₃-SiO₂系の結晶化ガラスからなる磁気ディスク基板を使用し、これを精密研磨することによって、中心線平均表面粗さRaが2-10オングストロームの基板を得ようと試みている。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】しかし、最近では、磁気ディスク基板のRaが8オングストローム以下、更には6オングストローム以下の水準のものが求められている。

【0007】また、磁気ディスクの読み書き速度を向上を図るために、現在は7200rpmである回転数を、10000-14000rpmに上昇させることが求められている。しかし、磁気ディスクが高速で回転するときには、いわゆるフラッタリング(面ぶれ)と呼ばれる現象が生ずる。回転速度が大きくなると、フラッタリングの大きさは著しく増大する。

【0008】磁気ディスクのような円盤を高速で回転させたときの、フラッタリングについての理論式は、各種あり、確立していない。しかし、一例では、フラッタリングの大きさは、回転数の二乗に比例し、円盤を構成する材料のヤング率Eに反比例するとされているので、Eを大きくすることが必要である。また、高速回転時のモーターの発熱量を考えると、円盤の材料の比重ρが小さい材料が好ましいと言われている。このため、今後、磁気ディスクの回転数が高速化すると、これに対応するためには、E/ρが大きい材料が必要不可欠である。

【0009】各材料の E/ρ の代表値を示すと、アルミニウムは27であり、化学強化ガラスは34であるのに対して、 $Li_2O-SiO_2-Al_2O_3$ 系結晶化ガラスは37であり、この系の結晶化ガラスが有利であることが分かる。しかし、今後の回転速度の高速化に対応するために、ヤング率の一層大きな磁気ディスク基板用結晶化ガラスが要望される。

【0010】本発明の課題は、磁気ディスク基板用結晶化ガラスのヤング率を高くし、磁気ディスク基板を精密研磨加工した後の中心線平均表面粗さ R_a を顕著に小さくできるようにすることである。

【0011】

【課題を解決するための手段】本発明は、磁気ディスク基板用結晶化ガラスであって、このガラスの主結晶相がエンスタタイト相であり、副結晶相がマグネシウムアルミニウムチタネート相(MAT相と呼ぶことがある)であり、X線回折法で求めたエンスタタイト相のピーク強度 $I(MS)$ を100としたときのマグネシウムアルミニウムチタネート相のピーク強度 $I(MAT)$ が35以上、70以下であり、ヤング率が120~155GPa (特に好ましくは125~150GPa)であることを特徴とする。

【0012】また、本発明は、前記のガラスからなる磁気ディスク基板であることを特徴とする。

【0013】また、本発明に係る磁気ディスクは、前記の磁気ディスク基板、その上に形成されている下地膜、およびこの下地膜上の金属磁性層を備えていることを特徴とする。

【0014】結晶化ガラスの結晶化率は、70%以上とすることが好ましい。なお、結晶相中で、エンスタタイト相が主結晶相であるとは、X線回折法において、エンスタタイト相のピーク強度が最も大きいことをいう。

【0015】本発明者は、各種の材質を検討していたが、その過程で、 $SiO_2-Al_2O_3-MgO-TiO_2$ 系結晶化ガラスであって、主結晶相がエンスタタイト相からなるものにおいて、副結晶相としてマグネシウムアルミニウムチタネート相が特定比率で析出しているものを作製することに成功した。このような結晶系を有する結晶化ガラスは、従来知られていない。

【0016】具体的には、X線回折法で求めたエンスタタイト相のピーク強度 $I(MS)$ を100としたときのマグネシウムアルミニウムチタネート相のピーク強度 $I(MAT)$ を、35以上、70以下とする必要がある。これによって、結晶化ガラス中の結晶が微細化し、精密研磨加工後に、 R_a が例えば1~6オングストロームの平滑面が得られる上、ヤング率 E も高くなり、120GPa以上のものが得られる。

【0017】 $I(MAT)$ を35以上(特に好ましくは40以上)とすることによって、結晶の粒径を一層小さくし、精密研磨加工後の R_a を一層小さくすることがで

きる。 $I(MAT)$ を70以下(特に好ましくは65以下)とすることによって、結晶化ガラスのヤング率が更に大きくなる。

【0018】X線回折法により、本発明の結晶化ガラスの結晶相を同定すると、エンスタタイト相およびMAT相の他には、 $(Mg, Al)SiO_3$ (MAS1)、 $ZnAl_2O_4$ (ガーナイト)が見られることがあった。 $(Mg, Al)SiO_3$ (MAS1)、 $ZnAl_2O_4$ (ガーナイト)の各結晶相のピーク強度は、 $I(MS)$ を100としたときに、70以下であることが好ましい。

【0019】なお、 $Mg_2Al_4Si_5O_{18}$ (コーゼライト相、インド石)、 TiO_2 (ルチル相)、 $MgO-Al_2O_3-SiO_2$ (MAS2)が存在すると、精密研磨後の表面粗さが劣化する傾向がある。従って、エンスタタイト相、MAT相、 $(Mg, Al)SiO_3$ (MAS1)、 $ZnAl_2O_4$ (ガーナイト)以外の各結晶相のピーク強度は、 $I(MS)$ を100としたときに、20以下であることが好ましい。

【0020】 $I(MS)$ は、エンスタタイト相(化学式 $MgO \cdot SiO_2$: JCPDS No.19-0768: 回折角度 $2\theta=31.1^\circ$)のピークの回折強度から得られる。 $I(MAT)$ は、回折角度 $2\theta=25.9^\circ$ のピークの回折強度から得られる。本発明においては、マグネシウムアルミニウムチタネート相とは、 $MgAl_2TiO_3O_{11}$ 、 $Mg_2Al_6Ti_7O_{25}$ の各結晶相の総称である。これらの各結晶相のJCPDSカード番号は、表1に示す。これら各結晶相の回折角度 2θ は、25.9度または26.1度になり、X線回折グラフ上では区別できない。

【0021】なお、特許第2648673号公報では、エンスタタイトを主結晶相とする高耐火性結晶化ガラスが開示されている。しかし、ここで開示されている溶解条件は、1650℃で16時間と高温であるので、ルツボの内壁に白金を用いる、一般的な光学ガラスの溶解方法が使用できない。この結果、結晶化ガラス中の脈理が消えず、磁気ディスク基板を研磨した後に、盛り上がった表面欠陥(凸)を作りやすい。このガラスの主結晶相は、エンスタタイト相であるが、その他の結晶相は、 β -リチア輝石固溶体、Ba大隅石、重土長石、灰長石、クリストバライト、ストロンチウム長石である。

【0022】特開平7-53238号公報では、溶解温度が1550~1600℃の、エンスタタイト相を主結晶相とする透明な結晶化ガラスが開示されている。この特許に開示されている結晶化ガラスは、特許第2648673号公報と同じく、溶解温度が高いため、脈理のない結晶化ガラスが得られず、この結果、磁気ディスク基板を研磨した後に、盛り上がった表面欠陥(凸)を作りやすい。また、主結晶相はエンスタタイト相であるが、その他には微量のジルコニア結晶相が存在している。

【0023】また、特開昭64-52632号公報では、1400～1500℃で溶解可能な、エンスタタイト相を析出する結晶化ガラスが開示されている。しかし、この結晶化ガラスでは、エンスタタイト相とともにルチル相の存在が開示されている。ルチル相が存在すると、精密研磨後の表面粗さが悪くなるので、前述の理由から、磁気ディスク基板用途には明らかに適していない。本発明者が、独自の研究の結果、発見したところによると、 SiO_2 - Al_2O_3 - MgO - TiO_2 系結晶化ガラスに、 MgO 以外のアルカリ土類を含有すると、エンスタタイト相に加えてルチル相が析出しやすくなることが分かっている。特開昭64-52632号公報では、 CaO を必須成分として含有しているために、ルチル相が析出していると考えられる。その他は結晶相はガーナイト相である。

【0024】特開平4-21543号公報では、1400℃～1500℃で溶解可能な、熱膨張係数が $127 \times 10^{-7}/\text{K}$ 以上の結晶化ガラスが開示されている。この結晶相の中には、エンスタタイト相、MAT相の存在が言及されている。しかし、この特許文献では、エンスタタイト相は主結晶相ではなく、 SiO_2 相が主結晶相であるために、微細な結晶を得ることができず、精密研磨後の表面粗さが大きくなる。

【0025】R. C. de VeKey およびA. J. Majumdarの「Glass Technology」Vol. 15, No.3, 1974年6月号では、 CaO - Al_2O_3 - MgO - SiO_2 - TiO_2 系の組成で、組成と結晶化ガラスの材料特性との評価を行っている。しかし、これらの例はすべて CaO を含むために、 TiO_2 相が析出している。ルチル相は、精密研磨体の表面粗さを劣化させるため、好ましくない。

【0026】本発明の前記結晶化ガラスは、例えば以下の方法によって製造できる。即ち、基本組成が SiO_2 :44～52重量%、 MgO :16～25重量%、 Al_2O_3 :13～20重量%、 TiO_2 :10～15重量%、 ZnO :1～8重量%、 ZrO_2 :0～5重量%

*%、 Li_2O :0～3重量%、 B_2O_3 :0～3重量%、 P_2O_5 :0～5重量%および Sb_2O_3 :0～2重量%の親ガラスを準備する。

【0027】この親ガラスを925℃～1075℃で、好ましくは2～6時間結晶化すると、エンスタタイト相を主結晶相とする結晶化ガラスが得られる。結晶化済みのガラスをHFでエッチングした後、走査型顕微鏡で観察すると、エンスタタイトの結晶は、0.01から0.1 μm の大きさで存在していることを発見した。

【0028】特に、一般的に結晶化ガラスで実行されている、ガラス転移温度 $T_g+20 \sim T_g+50^\circ\text{C}$ の温度で核形成した後に結晶化させるのではなく、ガラス転移温度 $T_g-30 \sim T_g \pm 0^\circ\text{C}$ の範囲で核形成した後に結晶化することによって、結晶粒径は0.01 μm から0.08 μm までに顕著に減少する。

【0029】この結晶化済みの結晶化ガラスを精密研磨すると、Raが8オングストローム以下、特に1～6オングストロームの平滑面を有する精密研磨体が得られる。これは、結晶粒径が微細であること、結晶化度が大きいこと、結晶の間を埋めるガラスの層が薄いことによるものと考えられる。

【0030】 $\text{Mg}_2\text{Al}_4\text{Si}_5\text{O}_{18}$ (コージェライト相、インド石)は、結晶化温度が1100℃以上になると、認められるようになる。また、 $\text{MgOAl}_2\text{O}_3\text{SiO}_2$ (MAS2)は、結晶化温度が900℃以下になると、認められるようになる。従って、結晶化温度は、925～1075℃が特に好ましい。

【0031】 TiO_2 (ルチル相)は、親ガラスにCa, Sr, Baを含有させると、析出するようになる。特に、Caはその効果が顕著である。従って、Mg以外のアルカリ土類金属を含有させないことが特に好ましい。

【0032】以下に、各結晶相の化学式、名称、JCPDSカード番号、略称を示す。

【0033】

【表1】

化学式	名称	カードNo.	略称
MgSiO_3	エンスタタイト	19-0768	MS
$\text{MgAl}_2\text{Ti}_3\text{O}_{11}$	MAT	5-0450	MAT
$\text{Mg}_2\text{Al}_5\text{Ti}_7\text{O}_{18}$	MAT	5-0451	
$(\text{Mg}:\text{Al})\text{SiO}_3$	MAS	35-0310	MAS1
$\text{Mg}_2\text{Al}_4\text{Si}_5\text{O}_{18}$	コージェライト インド石	12-0303 13-0293	Co In
ZnAl_2O_4	ガーナイト	5-0669	Ga
TiO_2	ルチル	21-1276	T
$\text{MgOAl}_2\text{O}_3\text{SiO}_2$	MAS	14-0346	MAS2
MgAl_2O_4	スピネル	21-1152	Sp

【0034】親ガラス中の各成分の比率について述べる。 SiO_2 の量は、44重量%以上とし、46重量%以上とすることが特に好ましい。これによって、結晶化後の粒子が微細化する。また、 SiO_2 を52重量%以下（特に好ましくは50重量%以下）とすることによって、親ガラスの溶解温度を低減でき、親ガラスの失透も起こりにくい。

【0035】 MgO の量を16重量%以上（特に好ましくは18重量%以上）とすることによって、エンスタイト相が得られ、親ガラスの溶解温度を低減できる。 MgO の量を25重量%以下（特に好ましくは22重量%以下）とすることによって、ガラスの溶解温度を低減でき、親ガラスの失透を防止できる。

【0036】 Al_2O_3 の量を13重量%以上（特に好ましくは16重量%以上）とすることによって、ガラスの溶解温度を低減できる。 Al_2O_3 の量を20重量%以下（特に好ましくは19重量%以下）とすることによって、エンスタイト相が得られ、親ガラスの溶解温度を低減できる。

【0037】 TiO_2 の量を10重量%以上（特に好ましくは11重量%以上）とすることによって、結晶後の粒子が微細化し易くなる。 TiO_2 の量を15重量%以下（特に好ましくは13重量%以下）とすることによって、親ガラスの失透を防止できる。

【0038】 ZnO の量を1重量%以上（特に好ましくは2重量%以上）とすることによって、親ガラスの溶解温度が高くなる。 ZnO の量を8重量%以下（特に好ましくは5重量%以下）とすることによって、親ガラスの失透を防止でき、ビッカース硬度を高くできる。

【0039】次に親ガラス中の任意成分について述べる。 ZrO_2 を添加することによって、ガラスの粘度を調整できる。 ZrO_2 の量は、5重量%以下とし、4重量%以下とすることが特に好ましい。これによって親ガラスの粘度が過度に増大するのを防止できる。 ZrO_2 を添加する場合には、その量を0.5重量%以上とすることが好ましい。

【0040】 Li_2O を添加することによって、親ガラスの溶解性が向上する。 Li_2O の量を3重量%以下（特に好ましくは2重量%以下）とすることによって、結晶化後の結晶粒子が微細化する。 Li_2O を添加する場合には、その量を0.1重量%以上とすることが好ましい。

【0041】 B_2O_3 を添加することによって、親ガラスの溶解性が向上する。 B_2O_3 の量を3重量%以下（特に好ましくは2重量%以下）とすることによって、結晶化後の結晶粒子が微細化する。 B_2O_3 を添加する場合には、その量を0.5重量%以上とすることが好ましい。

【0042】 P_2O_5 を添加することによって、親ガラスの溶解性が向上する。 P_2O_5 の量を5重量%以下

（特に好ましくは3重量%以下）とすることによって、結晶化後の結晶粒子が微細化する。 P_2O_5 を添加する場合には、その量を0.5重量%以上とすることが好ましい。

【0043】 Sb_2O_3 はガラスの脱泡剤として作用する。 Sb_2O_3 の量は、2重量%以下（特に好ましくは0.2-1.5重量%）で十分な効果がある。

【0044】親ガラスを製造する際には、上記の各金属原子を含有する各原料を、上記の重量比率に該当するように混合し、この混合物を熔融させる。この原料としては、各金属原子の酸化物、炭酸塩、硝酸塩、硫酸塩、水酸化物を例示することができる。また、親ガラスを熱処理して結晶化させる際の雰囲気としては、大気雰囲気、還元雰囲気、水蒸気雰囲気、加圧雰囲気等を選択することができる。

【0045】上記の結晶化ガラスからなる素材を、砥粒によって精密研磨加工する工程では、いわゆるラッピング、ポリッシング等、公知の精密研磨加工方法によって研磨し、磁気ディスク基板を作製できる。また、本発明の磁気ディスク基板の主面上には、下地処理層、磁性膜、保護膜等を形成することができ、更に保護膜上に潤滑剤を塗布することができる。

【0046】

【実施例】（親ガラスの作成）表2、表3、表4に示す、各種金属酸化物の重量比になるように、各金属を含む化合物を混合した。この混合物250gを、容積200ccの白金製ルツボに入れ、1430℃で6時間熱処理し、熔融させた。炉の温度を1300℃に低下させ、1300℃で1時間保持した後、カーボン製の型にガラスの熔融物を流しだし、成形した。これを700℃で1時間アニールした後、徐冷して、親ガラスの円盤状成形体を得た。

【0047】この親ガラスの成形体から、寸法15mm×15mm×厚さ0.85mm、寸法22mm×22mm×厚さ0.85mm、寸法5mm×30mm×厚さ0.85mm、寸法10mm×45mm×厚さ1.2mmの、各板状試料を切り出した。なお、厚さ0.85（mm）の板状試料、および厚さ1.2（mm）板状試料の各両面は、#400の砥石で仕上げ加工した。

【0048】（ガラス転移温度の測定）寸法5mm×30mm×厚さ0.85mmの板状試料から、長さ20mmの試験試料を切り出した。熱膨張率測定装置（マックスサイエンス製「TD5030」）で、試験試料の熱膨張率を、室温-900℃の範囲で測定した。なお、この熱膨張率測定装置は、ガラスが屈伏した時点で、測定が自動停止する機能を備えている。温度に対して、ガラスの熱膨張曲線が偏曲する温度を、ガラス転移温度（ T_g ）とした。この値を表2-表4に示す。

【0049】（結晶化ガラスの製造）各板状試料を、窒素雰囲気中で、厚さ5mmのカーボン板に挟んだ状態で

結晶化させた。結晶化のスケジュールは、720℃の核形成温度まで、300℃/時間で昇温し、720℃で2時間保持し、720℃から1000℃まで300℃/時間で昇温し、1015℃で4時間保持し、1015℃から室温まで200℃/時間で降温した。

【0050】(結晶相の同定、各結晶相の構成比率の計算)銅のK α 線を用い、X線回折装置(理学電機製「ガイガーフレックス」:管電圧30kV、管電流20mA)を使用して、結晶化の終わった寸法15mm×15mmの板状試験試料の表面の結晶相を同定した。その際、走査角度は、 $2\theta = 2\theta = 15 \sim 40^\circ$ で行った。検出された各結晶相を、表2-表4に示す。

【0051】この結果、本発明例1-1から1-12、本発明外の比較例の実験番号1-1から1-3においては、いずれも、主結晶としてエンスタタイト相(化学式MgO·SiO₂:JCPDS No. 19-0768:回折角度 $2\theta = 31.1^\circ$)が析出しており、副結晶としてMAT相($2\theta = 25.9^\circ$)が析出していた。I(MS)を100としたときのMAT相のピーク強度I(MAT)を、各表に示す。

【0052】また、MAS1、ガーナイト相(Ga)、更にはその他の結晶相について、そのピーク強度を示す。MAS1は回折角度 $2\theta = 36.0^\circ$ であり、ガーナイト相は回折角度 $2\theta = 36.8^\circ$ である。その他の結晶相も、表1のJCPDSカードに従って測定した。

【0053】(熱膨張係数の測定)結晶化の終わった、寸法5mm×30mmの試料を切断して、長さ20mmの測定試料を作成した。熱膨張率測定装置(マックスサイエンス製「TD5000S」)で、試験試料の熱膨張率を、-75℃~110℃の範囲で測定した。25℃を基準にして100℃までの熱膨張係数を計算した。この値を表2-表4に示す。

【0054】(精密研磨加工後の平滑面におけるRaの測定)結晶相の同定の終わった寸法15mm×15mmの板状試料を、#700の研削砥石を使って、試料の厚みが0.645mmになるまで精密研削加工した。次いで、両面ポリッシュ盤を使って、粒径0.3 μ mの高純度酸化ジルコニウム砥粒を使って、試料の厚さが0.635mmになるまでポリッシュ加工した。更に、粒径50オングストロームのコロイダルシリカ砥粒を使って、2段階目のポリッシュ加工を行い、厚さ0.635mmの精密研磨体を得た。

【0055】シリコン製のカンチレバー(共振周波数300kHz)を用いた、原子間力顕微鏡(PSI製「M5」)のタッピングモードで、精密研磨体の表面の中心線平均表面粗さ(Ra)を測定した。この値を表2-表4に示す。

【0056】(微構造観察)各精密研磨体を、5%フッ酸水溶液で10分間エッチングした後、走査型電子顕微鏡で、結晶の大きさを観察した。観察された結晶粒径を、表2-表4に示す。

20 【0057】(ヤング率測定)結晶化の終わった、寸法10mm×45mmの板状試料を、寸法15mm×15mmの板状試料と同じ手順で、精密研磨した。その後、寸法4mm×40mmの測定試料を切り出し、この試料に歪みゲージを貼った上で、下スパン30mm、上スパン10mm、クロスヘッドスピード0.5mm/minの条件で4点曲げ試験を行い、荷重と変位の関係からヤング率を計算した。

(比重測定)結晶化の終わった、寸法10mm×45mmの板状試料の水中重量および乾燥重量から、比重を計算した。

【0058】

【表2】

本発明例	1-1	1-2	1-3	1-4	1-5	1-6	
酸化物重量百分率(%)	SiO ₂	46.3	45.7	47.1	47.3	47.5	48.9
	Al ₂ O ₃	17.8	17.6	15.4	18.5	20.0	17.4
	MgO	21.9	20.2	23.1	20.1	18.4	19.7
	TiO ₂	10.5	13.0	11.9	11.6	11.8	11.5
	ZnO	3.0	3.0	1.5	1.5	1.5	1.5
	Sb ₂ O ₃	0.5	0.5	1.0	1.0	1.0	1.0
ガラス転移温度 T _g (°C)	726	728	742	743	744	739	
I (MAT)	45	59	44	55	63	65	
I (MAS1)	47	49	46	50	47	50	
I (Ga)	—	—	—	—	—	—	
その他の結晶相と ピーク強度	—	—	—	—	—	—	
ヤング率 (GPa)	143	138	146	136	133	132	
結晶粒径 (μm)	0.05	0.02	0.06	0.04	0.03	0.02	
Ra (オンゲスト ローム)	4	2	5	4	3	1	
熱膨張係数 α - × 10 ⁻⁷ /k	70	71	69	70	68	66	

【0059】

* * 【表3】

本発明例		1-7	1-8	1-9	1-10	1-11	1-12
酸化物重量百分率(%)	SiO ₂	44.7	46.6	46.8	47.2	46.3	46.2
	Al ₂ O ₃	19.0	17.3	18.0	17.0	17.5	17.4
	MgO	22.3	20.9	21.0	20.8	20.9	20.9
	TiO ₂	11.5	12.2	12.0	12.3	11.9	12.0
	ZnO	1.5	2.5	1.0	1.0	1.0	1.0
	Sb ₂ O ₃	1.0	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
	その他			Li ₂ O 0.70	B ₂ O ₃ 1.2	P ₂ O ₅ 1.9	ZrO ₂ 2.0
ガラス転移温度 T _g (°C)		758	738	729	735	737	752
I (MAT)		44	54	70	60	68	41
I (MAS 1)		57	44	55	51	48	53
I (Ga)		—	—	—	—	—	—
その他の結晶相と ピーク強度		—	—	—	—	—	—
ヤング率 (GPa)		151	134	126	135	129	140
結晶粒径 (μm)		0.08	0.05	0.04	0.04	0.02	0.04
Ra (オンゲスト ローム)		6	4	5	3	3	5
熱膨張係数 α ×10 ⁻⁷ /K		72	69	66	70	68	66

【0060】

【表4】

比較例		1-1	1-2	1-3
酸化物重量百分率(%)	SiO ₂	52.4	47.1	49.7
	Al ₂ O ₃	15.2	18.0	19.0
	MgO	18.3	21.9	15.3
	TiO ₂	11.6	9.5	12.1
	ZnO	1.5	3.0	1.0
	Sb ₂ O ₃	1.0	0.5	0.5
	その他			CaO 2.4
ガラス転移温度 T _g (°C)		737	728	734
I (MAT)		85	32	15
I (MAS I)		53	50	77
I (Ga)		—	—	—
その他の結晶相と ピーク強度		—	—	TiO ₂ 90
ヤング率 (GPa)		115	141	138
結晶粒径 (μm)		0.02	0.3	0.2
Ra (オングスト ローム)		5	20	10
熱膨張係数 α ×10 ⁻⁷ /k		66	72	75

【0061】図1に、本発明例1-6のX線回折チャートを示し、図2に本発明内の実験番号1-12のX線回折チャートを示し、図3に比較例1-2のX線回折チャートを示す。他の実験においても、これらと同様のX線回折チャートを得ている。

【0062】本発明例1-1から1-12と、比較例1-2、1-3では、ヤング率はいずれの例でも125 GPaを超えている。これは、エンスタタイトを主結晶としている効果であると思われる。

【0063】また、比較例1-2では、I (MAT) は32であり、結晶粒径が0.3 μm程度であり、精密研磨後の表面粗さは20オングストロームであった。これよりもTiO₂の量が増え、MAT相のピーク強度が大きくなると、結晶が微細化する。MAT相のピーク強度が45である本発明例1-1では、精密研磨後の表面粗

さは、4オングストロームまで顕著に減少した。

【0064】実施例1-1から1-8においては、I (MAT) は44~65であり、0.02~0.08 μmの粒子径が得られ、精密研磨後の表面粗さは、6オングストローム以下になる。

【0065】図4に、本発明例1-6の試料のセラミックス組織を示す。微細な粒子が観察される。

【0066】実施例1-9~1-12においては、Li₂O、B₂O₃、P₂O₅またはZrO₂を含有させている。これらの例においても、いずれも、MAT相のピーク強度が35~70である結晶化ガラスが得られた。MAT相のピーク強度は、45~65が一層好ましい。

【0067】比較例1-1では、I (MAT) が85であるが、ヤング率が115 GPaに顕著に減少した。

【0068】比較例1-3では、CaOを含有させているために、I (MAT) が15と小さく、結晶が粗大であり、精密研磨後の表面粗さが10オングストロームであった。図5に、比較例1-3の試料のセラミックス組織の写真を示す。粗大な粒子が観察できる。

20 【0069】(ビッカース硬度の測定) 精密研磨後の試料について、マイクロビッカース硬度計を使用して、押し込み圧1 kgfでビッカース硬度を測定した。この結果、本発明例1-6では920であり、本発明例1-7では960であり、比較例1-1では770であった。

【0070】(比重の測定) 本発明例1-4では、比重は3.1 g/ccであった。ヤング率Eを比重ρで割った値E/ρは、44であった。

【0071】

【発明の効果】以上述べたように、本発明によれば、磁気ディスク基板用結晶化ガラスのヤング率を高くし、磁気ディスク基板を精密研磨加工した後の中心線平均表面粗さRaを顕著に小さくできる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明例1-6のX線回折チャートを示す。

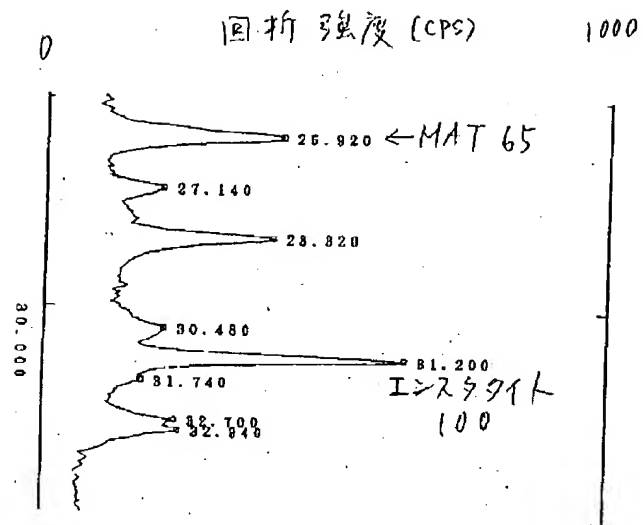
【図2】本発明例1-12のX線回折チャートを示す。

【図3】比較例1-2のX線回折チャートを示す。

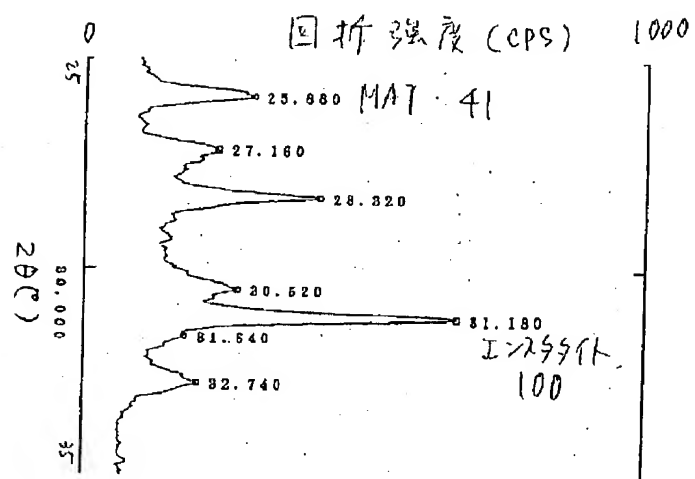
【図4】本発明例1-6の試料のセラミックス組織を示す走査型電子顕微鏡である。

40 【図5】比較例1-3の試料のセラミックス組織の写真を示す走査型電子顕微鏡である。

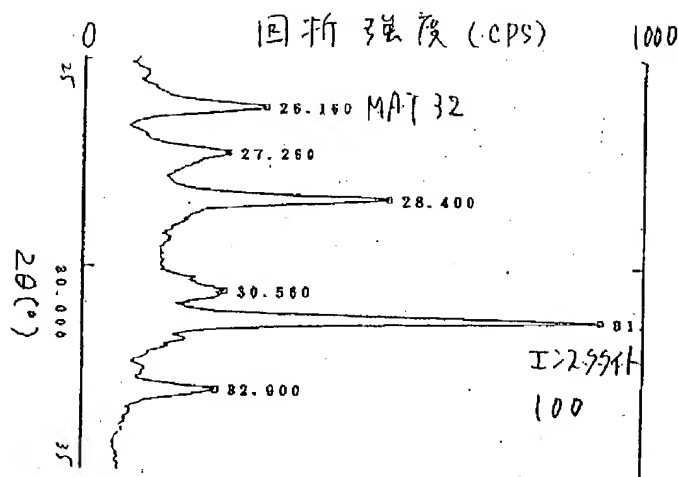
【図1】



【図2】



【図3】



【図4】

図面代用写真



【図5】

図面代用写真

